

(C) WPI / DERWENT

AN - 1984-275178 [25]

AP - SU19823475402 19820719

PR - SU19823475402 19820719

TI - Photostabiliser for wood pulp and cellulose - contains sulphate pulp
mfr. waste prods. for improved whiteness and photostability while
maintaining high mechanical strength

IW - PHOTOSTABLE WOOD PULP CELLULOSE CONTAIN SULPHATE PULP
MANUFACTURE

WASTE PRODUCT IMPROVE WHITE PHOTOSTABLE MAINTAIN HIGH
MECHANICAL
STRENGTH

PA - (LENL) LENINGRAD FORESTRY ACAD

- (SICE-R) SIBE CELLULOSE CARDBOARD

PN - SU1079717 A 19840315 DW198444 005pp

IC - C08K5/05 ; D21C9/10

AB - SU1079717 Betulin is a nontoxic and nondeficient cpd. obtd. from
sulphate-pulp mfr. water. The Betulin expenditure is 0.2-2% (pref.
0.5-1%) on wt. of dry fibre.

- Typically unstabilised pulp and pulp contg. Betulin respectively gave
whiteness (%):57 and 65 before irradiation; 53.6 and 63 after 30 mins
irradiation; 51.3 and 62.3 after 120 mins irradiation. The proposed
stabiliser increased photoresistance of lignin-contg. pulp by 71.5%
under conditions of artificial accelerated ageing over 2 hrs.
- USE/ADVANTAGE - Increased whiteness, improved photo-protective
properties and increased assortment of photostabilisers for use in
pulp and paper industries. Bul.10/15.3.84
- (Dwg.0/0)

The Union of Soviet
Socialist Republics



The State Committee
for Inventions and
Discoveries of the USSR

(19) SU (11) 1079717 A

3(51) D21C 9/10; C08K 5/05

**SPECIFICATION
TO INVENTOR'S CERTIFICATE**

(21) 3475402/20-12

(22) 19.07.82

(46) 15.03.84. Bulletin No. 10

(72) E.I. Chupka, A. N. Zakazov, V. E. Kovalev, V. B. Nekrasova, and T. F. Nikulenkova

(71) Leningradskaya Lesotekhnicheskaya Akademiya im. S. M. Kirova and Sibirskij Nauchno-Isslevatel'skij Institut Tsellyulozy I Kartona

(53) 676.1.022(088.8)

(56) 1. Casey D. P. Production of Semi-finished Products and Paper. Goslesbumizdat, 1958, vol. II, p. 150 (in Russian) (prototype).

2. Shtan'ko N. G. Preparation of Betulin and Synthesis of Ester Film-forming Agents on Its Basis. Author's Abstract of Candidate's Thesis, Moscow, 1953 (in Russian).

(54) LIGHT FASTNESS STABILIZER FOR WOOD PULP AND CELLULOSE

(57) Use of betulin as a light fastness stabilizer for wood pulp and cellulose.

The present invention relates to light fastness stabilizers for lignified fibrous materials and can be used in

the pulp-and-paper production when producing light-fast wood pulp and cellulose.

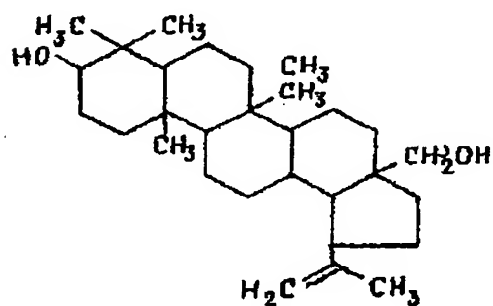
It is known to use various pigments as a wood pulp stabilizer, e.g. CaCO_3 , MgSO_4 , SnO , TiO_2 , etc. [1].

However, when introducing such agents into the bulk of the mass or on the surface, the mechanical properties of fibrous materials become impaired. Besides, the consumption of pigments is as high as to 30% of the weight of the fibrous material.

It is an object of the invention to enhance the whiteness, improve the light-protecting properties of wood pulp and cellulose, and broaden the range of light fastness stabilizers, while preserving high mechanical strength characteristics of wood pulp.

This object is accomplished by using betulin as the light fastness stabilizer for wood pulp.

Betulin is as triterpene alcohol, a white-colored odorless crystalline substance with $t_{\text{melt}} = 254-256^\circ\text{C}$ and molecular weight 442. Its molecular formula is $\text{C}_{30}\text{H}_{50}\text{O}_2$. The structural formula is



Betulin is non-toxic and not critical, because it is produced from a sulfate cellulose production waste - sulfate liquor or sulfate soap from cooking birch wood or a mixture thereof with other varieties. At present betulin is used for synthesizing diverse compounds in studying pharmacological activity [2].

A new use of betulin as the light fastness stabilizer for wood pulp and cellulose is caused by its high reflect-

ing capacity to reflect light with a wavelength of 330–340 nm, which leads to an appreciable screening of the photochemical active structures of lignin, which absorb light with a wavelength of 30–340 nm. The consumption of betulin is 0.2–2.0%, predominantly 0.5–1.0% of the weight of absolutely dry fiber.

E x a m p l e 1. 10 mg of betulin are dissolved in 1 ml of 96% ethanol at 30–40°C, the solution is diluted with water (9 ml). The resulting suspension (10 ml) is applied to the surface of a preliminarily prepared moist blank produced from 1 g of ground wood pulp homogenized in 100 g of water for 5 minutes. The blank is squeezed between two paper filters under pressure of 20 kg/cm², dried in the air at 20°C for 24 hrs and tested for light fastness by placing the sample into a temperature-controlled chamber ($t = 25^{\circ}\text{C}$). The sample is irradiated with a DRS_h mercury lamp through an NS-1 light filter (more than 330 nm wavelength) for two hours with the luminous flux power of 50 mW/cm². Absorption spectra are recorded on an SF-18 photometer. SL-index of yellowing (a non-dimensional quantity) is used as the light fastness criterion. The RS of control sample is assumed to be 100%. Control blanks without the addition of betulin are prepared in a similar manner.

The results are calculated as a mean from three parallel samples.

The obtained results are presented in Table 1.

Table 1

Irradiation time, min	Whiteness, %	SL	Yellowing as against control, %
1	2	3	4
0	57.0/65.0*	—	—
10	54.6/63.4	2.7/1.2	44.4
30	53.6/63.0	3.9/1.4	35.9
60	52.8/62.8	4.8/1.8	33.3
120	51.3/62.3	7.0/2.0	28.5

* In the numerator — control sample of wood pulp,
In the denominator — sample of wood pulp with betulin.

From the data of Table 1 it follows that adding betulin in an amount of 1% by weight to ground wood flour enhances the whiteness of the sample by 7–8% compared with the control sample, and also enhances the light fastness of lignified fibrous material by 71.5% under the conditions of artificial intense aging for 2 hrs.

Example 2. A suspension of a crystalline fraction of betulin in an amount of 10 mg, prepared as described above, is applied onto moist blanks of ground wood flour prepared as described in Example 1.

Testing and analysis of samples with betulin and of control samples are carried out as in Example 1 with the luminous flux power of 30 mW/cm².

The results of the experiments are presented in Table 2.

Table 2

Irradiation time, min	Whiteness, %	SL	Degree of darkening as against control, %
1	2	3	4
0	56.5/59.0*	—	—
10	54.1/57.0	2.8/2.0	71.4
30	53.5/56.4	3.5/2.6	74.3
60	52.8/56.0	4.4/3.1	70.4
120	52.3/55.6	5.0/3.5	70.0

* In the numerator — control sample of wood pulp,
In the denominator — sample of wood pulp with betulin.

From the data of Table 2 it is seen that in the case of intensive artificial aging the light fastness of lignified material — ground wood pulp with addition of 1% by weight of crystalline fraction of betulin increased by 30% as against the control sample under the conditions of artificial intensive aging for 2 hrs, and whiteness increased by 2.5%.

Example 3.

A suspension of betulin in an amount of 5 mg, prepared as described in Example 1, is applied to moist blanks of M-bisulfite cellulose, prepared as in Example 1.

Testing and analysis of samples with betulin and of control samples are carried out as in Example 1.

The results of the experiments are presented in Table 3

Table 3

Irradiation time, min	Whiteness, %	SL	Darkening as against con- trol, %
1	2	3	4
0	58.0/60.0*	—	—
10	55.5/58.0	2.6/1.9	73.1
30	54.5/57.3	3.8/2.6	68.4
60	54.0/56.8	4.4/3.1	70.4
120	53.5/56.4	5.0/3.6	72.0

* In the numerator — control sample of Mg-bisulfite pulp, in the denominator — same with betulin.

From the data of Table 2 it is seen that in the case of intensive artificial aging for two hours the light fastness of Mg-bisulfite cellulose with addition of 0.5% by weight of betulin increases by 28% as against the control sample.

The addition of betulin in the amount of 0.5% by weight to Mg-bisulfite cellulose enhances the whiteness of the sample by 2% as against the control sample.

For the sake of comparison, data are presented on the light fastness of wood pulp in the presence of the known light fastness stabilizers: sodium citrate (Table 4) and zinc oxide (Table 5), taken in an amount of 1% of the weight of an absolutely dry sample.

Table 4

Irradiation time, min	Whiteness, %	SL	Yellowing as against control, %
1	2	3	4
0	57.5/59.5*	—	—
10	55.4/57.6	2.3/1.8	78.3
30	54.9/57.2	2.9/2.2	35.9
60	53.6/56.0	4.4/3.5	79.5

* In the numerator — control sample of wood pulp, in the denominator — sample of wood pulp with sodium citrate.

Table 5

Irradiation time, min	Whiteness, %	SL	Yellowing as against control, %
1	2	3	4
0	56.5/67.5*	—	—
10	53.8/65.0	3.1/1.6	51.5
30	52.9/64.0	4.2/2.3	54.8
60	52.0/63.2	5.4/2.9	53.7
120	51.0/62.5	6.8/3.45	50.7

* In the numerator — control sample of wood pulp, in the denominator — sample of wood pulp with sodium citrate.

So, the use of betulin produced from a sulfate cellulose production waste - sulfate liquor or sulfate soap from cooking birch wood or a mixture thereof with other varieties will make it possible to provide the pulp-and-paper industry with a novel light fastness stabilizer for lignified fibrous materials, thereby broadening the range of such additives.

In contradistinction to the known light fastness stabilizers, betulin is non-toxic. Its use in the pulp-and-paper industry will contribute to the environmental protection and improvement of labor conditions along with improving the quality of lignified materials (wood pulp and cellulose): enhancing their light fastness and whiteness, high mechanical properties of fibrous materials being preserved.



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1079717 A

3(51) D 21 C 9/10; C 08 K 5/05

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

И АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3475402/29-12

(22) 19.07.82

(46) 15.03.84. Бюл. № 10

(72) Э. И. Чупка, А. Н. Заказов,
В. Е. Ковалев, В. Б. Некрасова
и Т. Ф. Никуленкова

(71) Ленинградская лесотехническая
академия им. С. М. Кирова и Сибирский
научно-исследовательский институт
Целлюлозы и картона

(53) 676.1.022(088.8)

(56) 1. Кейси Д. П. Производство полу-
фабрикатов и бумаги. Гослесбумиздат,
1958, т. II, с. 159 (прототип).

2. Штанько Н. Г. Получение бегули-
на и синтез сложно-эфирных пленкообра-
зователей на его основе. Автореф. канд.
дис., М., 1953.

(54) СВЕТОСТАБИЛИЗАТОР ДРЕВЕСНОЙ
МАССЫ И ЦЕЛЛЮЛОЗЫ.

(57) Применение бегулина в качестве
светостабилизатора древесной массы и
целлюлозы.

(19) SU (11) 1079717 A

Изобретение относится к светостабилизаторам лигнифицированных волокнистых материалов и может быть использовано в целлюлозно-бумажном производстве при изготовлении светостойкой древесной массы и целлюлозы.

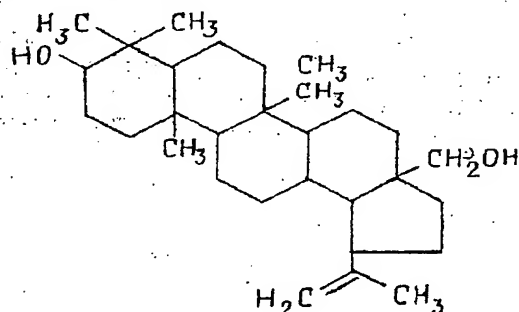
Известно использование в качестве стабилизатора древесной массы различных пигментов, например CaCO_3 , MgSO_4 , SnO , TiO_2 и др. [1].

Однако при внесении их в объем массы или на поверхность снижаются механические свойства волокнистых материалов. Кроме того, расход пигментов велик — до 30% от массы волокнистого материала.

Цель изобретения — повышение белизны, улучшение светозащитных свойств древесной массы и целлюлозы и расширение ассортимента светостабилизаторов при сохранении высоких показателей механической прочности древесной массы.

Цель достигается применением бетулина в качестве светостабилизатора древесной массы.

Бетулин представляет собой тритерпеновый спирт белого цвета, кристаллический, без запаха, с $m_{\text{пл}} = 254-256^\circ\text{C}$ и мол. массой 442. Его молекулярная формула $\text{C}_{30}\text{H}_{50}\text{O}_2$. Структурная формула



Бетулин нетоксичен и нелигитен, так как его получают из отхода сульфатцеллюлозного производства — сульфатного щелока или сульфатного мыла от варки

древесины березы или ее смеси с другими породами. Использование бетулина в настоящее время идег для синтеза различных соединений при изучении фармакологической активности [2].

Новое применение бетулина в качестве светостабилизатора древесной массы и целлюлозы обусловлено его высокой отражательной способностью света с длиной волны 330-340 нм, что приводит к значительному экранированию фотохимических активных структур лигнина, поглощающих свет с длиной волны 330-340 нм. Расход бетулина составляет 0,2-2,0%, преимущественно 0,5-1,0% от массы абсолютно сухого волокна.

Пример 1. 10 мг бетулина растворяют в 1 мл 96%-го этанола при $30-40^\circ\text{C}$, раствор разбавляют водой (9 мл). Образовавшуюся суспензию (10 мл) наносят на поверхность заранее приготовленной влажной отливки, полученной из 1 г дефибрерной древесной массы, гомогенизированной в 100 г воды в течение 5 мин. Отливку отжимают между двумя бумажными фильтрами под давлением 20 кг/см^2 , сушат на воздухе при 20°C в течение 24 ч и испытывают на светостойкость, помещая образец в термостатированную камеру ($t = 25^\circ\text{C}$). Облучают светом ртутной лампы ДРШ-250 через светофильтр НС-1 (длина волны более 330 нм) в течение двух часов, мощностью светового потока 50 мВт/см^2 . Спектры отражения записывают на спектрофотометре СФ-18. В качестве критерия светостойкости используют РС-показатель пожелтения (безразмерная величина). Принимают РС контрольного образца за 100%. Аналогично готовят контрольные отливки без добавки бетулина.

Результаты рассчитывают как среднее из трех параллельных образцов.

Полученные результаты представлены в табл. 1.

Таблица 1

Время облучения, мин	Белизна, %	РС	Пожелтение от контрольного, %
1	2	3	4
0	57,0/65,0*	—	—
10	54,6/63,4	2,7/1,2	44,4

1	2	3	4
30	53,6/63,0	3,9/1,4	35,9
60	52,8/62,8	4,8/1,6	33,3
120	51,3/62,3	7,0/2,0	28,5

* В числителе - контрольный образец древесной массы,
в знаменателе - образец древесной массы с бегулином.

Из данных табл. 1 следует, что добав-15
ка бегулина в количестве 1 вес.% в де-
фибрерную древесную муку повышает
белизну образца на 7-8% по сравнению
с контрольным образцом, а также повы-
шает светостойкость лигнифицированного
волокнуистого материала на 71,5% в ус-
ловиях искусственного интенсивного ста-
рения за 2 ч.

П р и м е р 2. Суспензию кристал-
лической фракции бегулина в количестве 25

10 мг, полученную как описано выше,
наносят на влажные отливки дефибрерной
древесной массы, изготовленные по при-
меру 1.

Испытание и анализ образцов с бегу-
лином и контрольных образцов проводят
как в примере 1 при мощности светового
потока 30 мВт/см².

Результаты опытов представлены в
табл. 2.

Т а б л и ц а 2

Время облу- чения, мин	Изменение белизны при светостарении, %	РС	Степень погем- нения от конт- рольного, %
0	56,5/59,0*	-	-
10	54,1/57,0	2,8/2,0	71,4
30	53,5/56,4	3,5/2,6	74,3
60	52,8/56,0	4,4/3,1	70,4
120	52,3/55,6	5,0/3,5	70,0

* В числителе - контрольный образец древесной массы,
в знаменателе - образец древесной массы с бегулином.

Из данных табл. 2 видно, что при ин-
тенсивном искусственном старении всего-50
стойкость лигнифицированного материала -
дефибрерной древесной массы с добавкой
кристаллической фракции бегулина 1 вес.%
повысилась на 30% по сравнению с
контрольным образцом в условиях -55
искусственного интенсивного старения
за 2 ч, а белизна повысилась на
2,5%.

П р и м е р 3. Суспензию бегулина
в количестве 5 мг, полученную как опи-
сано в примере 1, наносят на влажные
отливки М-бисульфитной целлюлозы, из-
готовленной аналогично примеру 1.

Испытания и анализ образцов с бегули-
ном и контрольных образцов проводят
как в примере 1.

Результаты опытов представлены в
табл. 3.

Т а б л и ц а 3

Время облучения, мин	Белизна, %	РС	Потемнение от контрольного, %
0	58,0/60,0*	-	-
10	55,5/58,0	2,6/1,9	73,1
30	54,5/57,3	3,8/2,6	68,4
60	54,0/56,8	4,4/3,1	70,4
120	53,5/56,4	5,0/3,6	72,0

* В числителе - контрольный образец Mg-бисульфитной целлюлозы, в знаменателе - то же, с бегулином.

Из данных, представленных в табл. 3, видно, что при интенсивном искусственном старении в течение двух часов светостойкость М-бисульфитной целлюлозы с добавкой 0,5 вес.% бегулина повышается на 28% по сравнению с контрольным образцом.

Добавка бегулина в количестве 0,5 вес.% в М-бисульфитную целлюлозу по-

вышает белизну образца на 2% по сравнению с контрольным образцом.

Для сравнения приведены данные по светостойкости древесной массы в присутствии известных светостабилизаторов цитрата натрия (табл. 4) и окиси цинка (табл. 5), взятых в количестве 1% от массы абсолютно сухого образца.

Т а б л и ц а 4

Время облучения, мин	Белизна, %	РС	Пожелтение от контрольного, %
0	57,5/59,5*	-	-
10	55,4/57,6	23 /1,8	78,3
30	54,9/57,2	2,9/2,2	75,8
60	53,6/56,0	4,4/3,5	79,5

* В числителе - контрольный образец древесной массы, в знаменателе - образец древесной массы с цитратом натрия.

Т а б л и ц а 5

Время облучения, мин	Белизна, %	РС	Пожелтение от контрольного, %
1	2	3	4
0	56,5/67,5*	-	-
10	53,8/65,0°	3,1/1,6	51,5

Продолжение табл. 5

1	2	3	4
30	52,9/64,0	4,2/2,3	54,8
60	52,0/63,2	5,4/2,9	53,7
120	51,0/62,5	6,8/3,45	50,7

* В числителе — контрольный образец древесной массы,
в знаменателе — образец древесной массы с цитратом натрия.

Таким образом, применение бегулина, получаемого из отхода сульфатцеллюлозного производства — сульфатного мыла от варки березы или ее смеси с другими породами, позволит обеспечить целлюлозно-бумажную промышленность новым светостабилизатором лигнифицированных волокнистых материалов, расширив тем самым ассортимент таких добавок.

В отличие от известных светостабилизаторов бегулин нетоксичен. Его использование в целлюлозно-бумажном производстве будет способствовать охране окружающей среды и улучшению труда наряду с улучшением качества лигнифицированных материалов (древесной массы и целлюлозы) — повышением их светостойкости и белизны при сохранении высоких механических свойств волокнистых материалов.

Составитель А. Моисов

Редактор В. Ковгун

Техред М. Тепер

Корректор С. Черня

Заказ 1272/28

Тираж 372

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4